

# MANUFACTURING METHOD OF TONER FOR DEVELOPING ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE, TONER MANUFACTURED BY THE METHOD AND IMAGE FORMING METHOD USING THE TONER

**Patent number:** JP11002922  
**Publication date:** 1999-01-06  
**Inventor:** SUWABE MASAOKI; MATSUMURA YASUO; SERIZAWA MANABU; SATO SHUJI; SUMIKURA YASUO; MORIJIRI HISAO; SHOJI TAKESHI; MIZUGUCHI TAKUHIRO; TOMONAGA JUNICHI; SUGIYAMA KOICHI  
**Applicant:** FUJI XEROX CO LTD  
**Classification:**  
- **International:** G03G9/087; G03G9/08  
- **European:**  
**Application number:** JP19970152698 19970610  
**Priority number(s):** JP19970152698 19970610

Report a data error here

## Abstract of JP11002922

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To enhance reliability while making the various kinds of characteristics such as color developing property, electrifying property, developing property, transfer property, fixation and OHP permeability, specially, the color developing property and the OHP permeability compatible with each other.

**SOLUTION:** In this manufacturing method, resin grain dispersion liquid in which at least resin grains are dispersed, colorant grain dispersion liquid in which at least colorant grains are dispersed and releasing agent grain dispersion liquid in which at least releasing agent grains are dispersed are mixed, first. Then, the grains are aggregated. Thereafter, the aggregate grains are heated and fused. The releasing agent grains of the releasing agent grain dispersion liquid in which the grains of  $\leq 0.5 \mu\text{m}$  and  $\geq 1.0 \mu\text{m}$  in volume average grain size is  $\leq 5\%$  is used. Besides, at least one process that grain dispersion liquid is added and mixed further is included after the grains are aggregated and before they are fused.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-2922

(43) 公開日 平成11年(1999) 1月6日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

F I

G 0 3 G 9/087  
9/08

G 0 3 G 9/08

3 8 1

3 6 5

審査請求 有 請求項の数12 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平9-152698

(22) 出願日 平成9年(1997) 6月10日

(71) 出願人 000005496

富士ゼロックス株式会社

東京都港区赤坂二丁目17番22号

(72) 発明者 諏訪部 正明

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

(72) 発明者 松村 保雄

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

(72) 発明者 芹澤 学

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

(74) 代理人 弁理士 中島 淳 (外4名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 静電荷像現像用トナーの製造方法及びそれによって作られたトナー、及びそのトナーを使用する画像形成方法

(57) 【要約】

【課題】 本発明は、発色性、帯電性、現像性、転写性、定着性、OHP透過性等の諸特性、特に発色性、OHP透過性と定着性を両立できる信頼性の高い静電荷像現像用カラートナーの製造法、及びそれによって製造された静電荷像現像用カラートナーを提供する。

【解決手段】 少なくとも樹脂粒子を分散せしめた樹脂粒子分散液と、少なくとも着色剤粒子を分散せしめた着色剤粒子分散液、及び少なくとも離型剤粒子を分散せしめた離型剤粒子分散液とを混合する工程、これらの粒子を凝集する工程、該凝集体粒子を加熱して融合する工程を包含する静電荷像現像用トナーの製造方法において、前記離型剤粒子分散液の離型剤粒子が、体積平均粒径で0.5 $\mu$ m以下であり、且つ1.0 $\mu$ m以上の粒子が5%以下のものを使用する。粒子を凝集する工程の後であって融合する工程の前に、更に粒子分散液を追加混合する工程を更に少なくとも一回含む。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 少なくとも樹脂粒子を分散せしめた樹脂粒子分散液と、少なくとも着色剤粒子を分散せしめた着色剤粒子分散液、及び少なくとも離型剤粒子を分散せしめた離型剤粒子分散液とを混合する工程、これらの粒子を凝集する工程、該凝集体粒子を加熱して融合する工程を包含する静電荷像現像用トナーの製造方法において、前記離型剤粒子分散液の離型剤粒子が、体積平均粒径で  $0.5\mu\text{m}$  より小さく、かつ  $1.0\mu\text{m}$  以上の粒子が 5% 以下であることを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項 2】 離型剤粒子分散液の離型剤粒子が、体積平均粒径で  $0.4\mu\text{m}$  以下であり、かつ  $0.8\mu\text{m}$  以上の粒子が 5% 以下であることを特徴とする請求項 1 に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項 3】 粒子を凝集する工程の後であって、融合する工程の前に、更に粒子分散液を追加混合する工程を少なくとも 1 回含ませることを特徴とする、請求項 1 に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項 4】 追加混合する粒子が、得られるトナー粒子の体積の 50% 以下であることを特徴とする、請求項 3 に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項 5】 樹脂粒子分散液が、分子量の異なる複数の樹脂粒子を含むことを特徴とする請求項 1 に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項 6】 トナー粒子中に離型剤を 1 から 50 重量% 含むことを特徴とする請求項 1 項に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項 7】 離型剤が、パラフィン系ワックス、ポリオレフィン系ワックス、カルボン酸系ワックスの群から選ばれることを特徴とする請求項 1 項に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項 8】 離型剤粒子分散液が、離型剤粒子をアニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤及び両性界面活性剤の群から選ばれる分散剤によって分散したものであることを特徴とする、請求項 1 に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項 9】 離型剤粒子分散液が、少なくとも離型剤と分散剤を含む分散液スラリーを、離型剤のガラス転移温度以上に加熱し、高圧にて吐出衝突または吐出衝撃によって乳化した後、冷却することにより得られたものであることを特徴とする、請求項 1 に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項 10】 請求項 1 ないし 9 のいずれか 1 に記載の製造方法で製造されたトナー。

【請求項 11】 電子写真用キャリアと静電荷像現像用トナーを含む静電荷像現像剤において、静電荷像現像用トナーが請求項 1 から 9 のいずれか 1 に記載の製造方法で製造された静電荷像現像用トナーであることを特徴とする静電荷像現像剤。

【請求項 12】 静電潜像担持体上に静電潜像を形成する工程、現像剤担持体上の現像剤層により前記静電潜像を現像してトナー画像を形成する工程、及び前記トナー画像を転写体上に転写する転写工程を含む画像形成方法において、前記現像剤層の現像剤が、請求項 1 ないし 9 のいずれか 1 に記載の製造方法で製造された静電荷像現像用トナーを含有することを特徴とする画像形成方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、発色性、OHP 透過性などの諸特性に優れ、電子写真法等による画像形成の際に好適に用いられる静電荷像現像用トナーを効率的に製造する方法、該方法により製造される静電荷像現像用トナー、該静電荷像現像用トナーを含む静電荷像現像剤、及び該静電荷像現像用トナーを用いた画像形成方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】電子写真法等のように、静電荷像を経て画像情報を可視化する方法は、現在各種の分野で広く利用されている。前記電子写真法においては、帯電工程、露光工程を経て感光体上に静電荷像を形成し、トナー粒子を含有する現像剤を用いて前記静電荷像を現像し、転写工程、定着工程等を経て前記静電荷像が可視化される。前記現像剤には、トナー粒子及びキャリア粒子を含有してなる二成分系現像剤と、磁性トナー粒子または非磁性トナー粒子を含有してなる一成分系現像剤とが知られている。前記現像剤におけるトナー粒子は、通常、混練粉砕法により製造される。この混練粉砕法は、熱可塑性樹脂等を顔料、帯電制御剤、ワックスなどの離型剤等と共に熔融混練し、冷却後にこの熔融混練物を微粉砕し、これを分級して所望のトナー粒子を製造する方法である。なお、前記混練粉砕法により製造されたトナー粒子には、流動性やクリーニング性を改善する目的で、さらに必要に応じてその表面にさらに無機及び/又は有機の微粒子が添加されたりする。

【0003】前記混練粉砕法により製造されるトナー粒子の場合、通常、その形状は不定形であり、その表面組成は均一でない。使用材料の粉砕性や粉砕工程の条件により、トナー粒子の形状や表面組成は微妙に変化するものの、意図的にこれらを所望の程度に制御することは困難である。また、特に粉砕性の高い材料を用いて前記混練粉砕法により製造されたトナーの場合、現像機内での種々の剪断力等の機械力等により、さらに微粉化されたり、その形状が変化されたりすることがしばしば起こる。その結果、前記二成分系現像剤においては、微粉化されたトナー粒子がキャリア表面へ固着して前記現像剤の帯電劣化が加速されたり、前記一成分系現像剤においては、粒度分布が拡大し、微粉化されたトナー粒子が飛散したり、トナー形状の変化に伴い現像性が低下し、画質の劣化が生じたりするという問題が生ずる。トナー粒

子の形状が不定形である場合、流動性助剤を添加しても流動性が十分でなく、使用中に剪断力等の機械力により、前記流動性助剤の微粒子がトナー粒子における凹部へ移動してその内部へ埋没し、経時的に流動性が低下したり、現像性、転写性、クリーニング性等が悪化したりするという問題がある。また、このようなトナーをクリーニング処理により回収して再び現像機に戻して再利用すると、画質の劣化が生じやすいという問題がある。これらの問題を防ぐため、さらに流動性助剤の量を増加することも考えられるが、この場合、感光体上への黒点の発生や流動性助剤の粒子飛散を招くという問題が生ずる。

【0004】一方、ワックスなどの離型剤を内添してなるトナーの場合、熱可塑性樹脂との組合せによっては、トナー粒子の表面に前記離型剤が露出することがある。特に高分子量成分により弾性が付与されたやや粉碎されにくい樹脂と、ポリエチレンのような脆いワックスとを組み合わせるトナーの場合、トナー粒子の表面にポリエチレンの露出が多く見られる。このようなトナーは、定着時の離型性や感光体上からの未転写トナーのクリーニングには有利であるものの、トナー粒子の表面のポリエチレンが、現像機内での剪断力等の機械力により、トナー粒子から脱離し容易に現像ロールや感光体やキャリア等に移行するため、これらの汚染が生じやすくなり、現像剤としての信頼性が低下するという問題がある。

【0005】このような事情の下、近年、粒子の形状及び表面組成を意図的に制御したトナーを製造する手段として、特開昭63-282749号公報や特開平6-250439号公報において、乳化重合凝集法が提案されている。前記乳化重合凝集法は、乳化重合により樹脂分散液を作成し、一方、溶媒に着色剤を分散させた着色剤分散液を作成し、これらを混合する混合工程と、トナー粒径に相当する凝集粒子を形成する凝集工程と、該凝集粒子を加熱することによって融合する融合工程とを含む方法である。この乳化重合凝集法によると、加熱温度条件を選択することにより、トナー形状を不定形から球形まで任意に制御することができる。また、混合工程においてワックスなどの離型剤分散液を添加することにより容易にトナー中へ離型剤を内添することが可能である。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかし、乳化重合凝集法において離型剤を内添する場合、特開平5-11501に見られるように離型剤の粒径が小さすぎると定着性の向上効果がなく、逆に大きすぎるとトナー表面へ露出して熱や圧力によって粉体特性が悪化する。さらに大きい場合には凝集工程で凝集粒子中に内包されない、あるいは、融着工程で離型剤粒子が脱落してしまう問題が生じる。また、特にカラートナーを得る場合においては、離型剤粒子が大きいと乱反射によりOHP透過性が下が

り、色再現性も低下する問題があった。また、離型剤のような物質を分散しようとした場合、特開平6-273977に見られるようにサンドグランドミルやローターステーター等のホモキサー型の分散機を用いた時の最終到達粒径は数ミクロンであり、このままでは乳化重合凝集法には上記理由により用いることができなかった。本発明は、このような諸課題を解決し、以下の目的を達成することを課題とする。則ち、本発明は、発色性、帯電性、現像性、転写性、定着性、透過性等の諸特性、特に発色性、透過性と定着性を両立できる信頼性の高い静電荷像現像用カラートナー及び該静電荷像現像用カラートナーを含有する静電荷像現像剤を提供することを目的とする。また、本発明は、該静電荷像現像用カラートナーを容易にかつ簡便に製造しうる静電荷像現像用カラートナーの製造方法を提供することを目的とする。さらに、本発明は、高画質で信頼性の高い画像を容易にかつ簡便に形成しうる画像形成方法を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するため、本発明の発明者らが前記乳化重合凝集法にもちいる離型剤粒子の粒径と添加量を鋭意検討した結果、離型剤粒子の分散径を可視光の波長領域よりも小さくすることにより、カラートナーにおける発色性、OHP透過性を従来のものよりもより良くできること、凝集工程、融合工程において離型剤粒子の逸脱を低下でき、また離型剤の内添量を増加することによって定着特性に優れたカラートナーを得られることを見だし本発明にいたった。また、離型剤微粒子を作成する方法として、離型剤を加熱溶融してにおいて、高圧ホモジナイザーに分類される乳分散機を用いて乳化することにより、可視光の波長領域よりも小さい粒径の分散液を作成することが可能となり本発明にいたった。本発明は、かかる本発明の発明者等による知見に基づくものであり、前記課題を解決するための手段は以下の通りである。

【0008】則ち、

1. 少なくとも樹脂粒子を分散せしめた樹脂粒子分散液と、少なくとも着色剤粒子を分散せしめた着色剤粒子分散液、及び少なくとも離型剤粒子を分散せしめた離型剤粒子分散液とを混合する工程、これらの粒子を凝集する工程、該凝集体粒子を加熱して融合する工程を包含する静電荷像現像用トナーの製造方法において、前記離型剤粒子分散液の離型剤粒子が、体積平均粒径で $0.5\mu\text{m}$ 以下であり、且つかつ $1.0\mu\text{m}$ 以上の粒子が5%以下であることを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

【0009】2. 上記1の製造方法において、粒子を凝集する工程の後であって、融合する工程の前に、更に粒子分散液を追加混合する工程を少なくとも1回含ませる製造方法。

【0010】3. 上記1の製造方法において、離型剤粒子分散液が、少なくとも離型剤と分散剤を含む分散液スラリーを、離型剤のガラス転移温度以上に加熱し、高圧にて吐出衝突または吐出衝撃によって乳化した後、冷却することにより得られたものである製造方法。

【0011】本発明によって以下のことが可能となる。

1. 離型剤分散径が可視光の波長領域よりも小さいことにより、凝集工程、融合工程において離型剤の逸脱を防止でき、均一で高品質のトナー粒子を安定して作成できる。
2. 離型剤分散径が可視光の波長領域よりも小さいことにより、トナーの発色が良くなり、OHP透過性が上がる。
3. トナー中への離型剤の内添量を増加でき、定着特性に優れたトナーを作成できる。
4. 離型剤の内添量が多いときでも、トナー表面を被覆することにより粉体特性に優れたトナーを作成できる。
5. 離型剤粒子を可視光の波長領域よりも小さい粒径に分散できる。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明の静電荷像現像用トナーの製造方法は、少なくとも混合液調製工程と凝集粒子形成工程と融合工程とを含む。また、本発明の静電荷像現像用トナーの製造方法においては、前記凝集粒子形成工程の後であって、前記融合工程の前に粒子分散液を追加混合する工程を含むことができる。さらに、本発明においては必要に応じて適宜その他の工程を含むことができる。

【0013】前記混合液調製工程は、分散剤中に樹脂粒子を分散させてなる樹脂粒子分散液と、分散剤中に着色剤粒子を分散させてなる着色剤粒子分散液と、分散剤中に離型剤粒子を分散させてなる離型剤粒子分散液とを混合して混合液を調製する工程である。前記樹脂粒子分散液は分子量などのそれぞれ性質の異なる樹脂粒子を混合して用いることができる。前記凝集粒子形成工程は、前記混合液中において凝集粒子を形成し凝集粒子分散液を調製する工程である。前記付着粒子形成工程は、分散剤中に樹脂粒子を分散させてなる樹脂粒子分散液を前記凝集粒子分散液に添加混合して前記凝集粒子に前記微粒子を付着させて付着粒子を形成する工程である。

【0014】本発明の静電荷像現像用トナーの製造方法において、前記混合液調製工程では混合液中に樹脂粒子、着色剤粒子、離型剤粒子が均一に分散され混合される。この時着色剤粒子の種類によっては着色剤粒子と離型剤粒子が一部凝集する場合があり、離型剤粒子分散液に用いられる分散剤の種類を適宜選択することによりこれを防ぐことが可能である。

【0015】前記凝集粒子形成工程では、前記混合液中に均一に分散する樹脂粒子、着色剤粒子、離型剤粒子等が凝集し、凝集粒子が形成される。前記離型剤粒子は前

記樹脂粒子や着色剤粒子等とほぼ同程度の充分細かい粒子であるため、凝集粒子中に均一に分散し、着色剤粒子等の分散を妨げない。また、離型剤粒子の粒径が小さいため多量の離型剤を添加しても凝集粒子の均一性を保持することができ、トナーの定着特性に有利となる。

【0016】前記融合工程では、前記凝集粒子中の樹脂が熔融して融合し、静電荷像現像用トナー粒子が形成される。

【0017】本発明は、凝集粒子形成工程の後であって融合工程の前に、粒子分散液を追加混合する工程を含ませることができる。この場合、凝集粒子を母体粒子としてそのまわりに付着粒子層が形成され、その後の融合工程により層構造をもつ静電荷像現像用トナー粒子が形成される。例えば、多色のトナーを用いるカラートナーの場合では、第1段階で樹脂粒子分散液、顔料粒子分散液及び離型剤粒子分散液を混合して粒子を凝集させ母体凝集粒子を作成した後、樹脂粒子分散液を追加混合し、母体凝集粒子の表面に追加の樹脂粒子を付着させ、最後に加熱して融合合一させる。そうすると、多量の離型剤を添加した場合においても、粒子分散液の追加混合工程で樹脂粒子が付着することにより、離型剤が表面に存在しないトナーを作成することが可能となる。本発明においては、凝集工程条件を鋭意検討の結果、凝集工程において、初期の各極性のイオン性界面活性剤の量のバランスをあらかじめずらしておき、樹脂のガラス転移点以下で第1段階の母体凝集粒子を形成、安定化の後、第2段階としてバランスのずれを補填するような極性、量の界面活性剤で処理された粒子分散液を追加混合し、さらに必要に応じ母体凝集粒子又は追加粒子に含まれる樹脂のガラス転移点以下でわずかに加熱してより高い温度で安定化させた後、ガラス転移点以上に加熱することにより凝集粒子形成の第2段階で加えた粒子を母体凝集粒子の表面に付着させたまま合一することができる。しかもこれらの凝集の段階的操作は複数回、繰り返し実施することができるため、トナー粒子の表面から内部にかけて段階的に組成、物性を変化させることができ、トナー構造の制御が極めて容易となる。

【0018】上記の方法を用いて、カラートナー表面に樹脂層のみを形成することにより、上記のように多量の離型剤を用いた場合でも表面に離型剤が現れないという効果だけでなく、顔料粒子による帯電挙動への影響を最少化できるため、顔料の種類別に基づく帯電特性の差が出にくいようにすることができる。また、第2段階で添加する粒子のガラス転移点を高めに設定すれば、トナーをカプセル状に樹脂被覆することになり、熱保存性と定着性を両立することができる。また、第2段階で無機微粒子の分散液を使うと合一後には無機粒子によりカプセル状に被覆された構造のトナー粒子を作ることでもできる。或いは、第2段階でワックスなどの離型剤粒子分散液を加え、さらに第3段階で硬度の高い樹脂や無機粒子

の分散液を用いて最表面にシェルを形成すればワックスの露出を抑制しながら定着時には有効にワックスが離型剤として働くようにすることができる。

【0019】また、段階的に表面に凝集構造を形成することにより、凝集後の高温加熱での融合合一において粒度分布を維持することができ、また平均粒度の凝集粒度からの変動を抑制することができると共に、これら融合合一時の安定性を高めるための界面活性剤や塩基または酸などの安定剤の添加を不要にしたり、量を最少限度に抑制することができる。分散粒子の粒子径は、最初の段階で用いる粒子分散液においても、追加混合工程で用いる分散液においても $1\mu\text{m}$ 以下であることが望ましく、それ以上である場合には最終的に生成するトナーの粒径の分布が広がったり、遊離の粒子の発生が生じ、性能低下や信頼性低下の原因となりやすい。

【0020】追加混合する粒子分散液の量は、含まれる粒子の体積分率に依存し、追加粒子の量として最終的に生成する体積で凝集粒子の50%以内であることが望ましい。それ以上である場合、母体粒子への凝集ではなく、新たに凝集粒子が生成することにより組成の分布や粒径の分布が著しくなり、所望の性能が得られなくなる。また、粒子の追加を段階的に分割しておこなったり、徐々に連続的に行うことにより、新たな微小な凝集粒子の発生を抑制し、粒度分布をシャープにすることができる。さらに添加の段階ごとに母体凝集粒子または追加粒子のガラス転移温度以下の範囲で温度を上昇させることにより、遊離粒子の発生を抑制することができる。

【0021】離型剤粒子分散液は少なくとも離型剤と、分散液との混合液を、離型剤の融点以上に加熱した後、下記の高圧タイプの乳化機を用いて乳化し、その後冷却して離型剤微粒子を固化することにより得られる。離型剤の他、着色剤や帯電制御剤粒子、内添粒子などを加えても良い。乳化に用いられる乳化機は高圧タイプに分類されるホモジナイザーあるいは分散機が用いられ、例えば、ゴーリンホモジナイザー、マイクロフルイダイザー、アルティマイザー、プレッシャー、ホモジナイザー（日本精機）等が上げられる。これら乳化機に、前処理あるいは後処理としてさらに複数の乳化分散機等を組み合わせても良い。本発明においては、このような高圧タイプのホモジナイザーを用いたことにより、体積平均粒子径が $0.5\mu\text{m}$ より小さい離型剤粒子を得ることができた。また、本発明で用いる離型剤粒子の体積平均粒子径は、好ましくは $0.4\mu\text{m}$ 以下かつ $0.8\mu\text{m}$ 以上の粒子が5%以下のものが適当である。

【0022】前記離型剤としては、例えば、低分子量ポリオレフィン類、シリコーン類、カルボン酸エステル、

(着色剤分散液の製造)

銅フタロシアニン顔料 PV FAST BLUE (BASF) 20g

アニオン性界面活性剤ネオゲンSC 2g

イオン交換水78g

カルボン酸アミド、植物系ワックス、動物系ワックス、鉱物・石油系ワックス、およびそれらの変性物などが上げられる。特に、パラフィン系ワックスや低分子量ポリオレフィン系ワックスは混合液調製工程や凝集粒子形成工程において他の微粒子との均一性に優れており好適に用いられる。また、カルボン酸エステル系ワックスは、これを用いてトナーを作成した場合、OHP透過性に優れた特性を示すことから好適に用いることができる。

【0023】

【実施例】以下の実施例においては、粒度分布の指標としては、累積分布のD16%、D84%を用いて以下のような体積GSDまたは数GSDを簡易的に用いることができる。

体積GSD = (体積D84 / 体積D16) 0.5乗

数GSD = (数D84 / 数D16) 0.5乗

【0024】(樹脂分散液1の製造)

スチレン 370g

nブチルアクリレート 30g

アクリル酸 6g

ドデカンチオール 24g

4臭化炭素 4g

以上を混合溶解したものを非イオン性界面活性剤ノニボル400 6g、アニオン性界面活性剤ネオゲンSC 10gをイオン交換水550gに溶解したものにフラスコ中で分散、乳化し10分ゆっくりと混合しながら、過硫酸アンモニウム4gを溶解したイオン交換水50gを投入し、窒素置換をおこなった。そののちフラスコを攪拌しながらオイルバスで内容物が70℃になるまで加熱し、5時間そのまま乳化重合を継続した。これにより、中心径155nm、ガラス転移点59℃、Mw12000のアニオン性樹脂分散液を得た。

【0025】(樹脂分散液2の製造)

スチレン 280g

nブチルアクリレート 120g

アクリル酸 8g

以上を混合溶解したものを非イオン性界面活性剤ノニボル400 6g、アニオン性界面活性剤ネオゲンSC 12gをイオン交換水550gに溶解したものにフラスコ中で分散、乳化し10分ゆっくりと混合しながら、過硫酸アンモニウム3gを溶解したイオン交換水50gを投入し、窒素置換をおこなった。そののちフラスコを攪拌しながらオイルバスで内容物が70℃になるまで加熱し、5時間そのまま乳化重合を継続した。これにより、中心径105nm、ガラス転移点53℃、Mw55万のアニオン性樹脂分散液を得た。

【0026】

以上を混合し、本田電子（株）製超音波洗浄機W-113にて共振周波数28kHzで10分間分散して着色剤分散液を得た。このサンプルの粒度分布を堀場製作所（株）製粒度測定装置LA-700で測定したところ体

（離型剤分散液1の製造）

パラフィンワックスHNP0190（融点85℃ 日本精製） 200g

アニオン性界面活性剤ネオゲンSC 10g

イオン交換水790g

以上を95℃に加熱し、ゴーリンホモジナイザーで560×10<sup>5</sup> N/m<sup>2</sup>の吐出圧力で乳化した後、急冷し、離型剤分散液を得た。このサンプルを堀場製作所（株）製粒度測定装置LA-700で測定したところ体積平均

（離型剤分散液2の製造）

ポリエステルワックス100P（融点116℃ 三井石油化学工業） 200g

アニオン性界面活性剤ネオゲンSC 10g

イオン交換水790g

以上を130℃に加熱し、ゴーリンホモジナイザーで560×10<sup>5</sup> N/m<sup>2</sup>の吐出圧力で乳化した後、急冷し、離型剤分散液を得た。このサンプルを堀場製作所（株）製粒度測定装置LA-700で測定したところ体

（離型剤分散液3の製造）

ベヘン酸エステルワックスEW861（融点60℃ 理研工業） 200g

アニオン性界面活性剤ネオゲンSC 10g

イオン交換水790g

以上を80℃に加熱し、ゴーリンホモジナイザーで560×10<sup>5</sup> N/m<sup>2</sup>の吐出圧力で乳化した後、急冷し離型剤分散液を得た。このサンプルを堀場製作所製粒度測定装置LA-700で測定したところ体積平均粒径は

（離型剤分散液4の製造）

ポリエステルワックス100P（融点116℃ 三井石油化学工業） 200g

カチオン性界面活性剤サニゾールB50（花王） 12g

イオン交換水788g

以上を130℃に加熱し、ゴーリンホモジナイザーで560×10<sup>5</sup> N/m<sup>2</sup>の吐出圧力で乳化した後、急冷し離型剤分散液を得た。このサンプルを堀場製作所製粒度測定装置LA-700で測定したところ体積平均粒径は210nmであり、また0.8μm以上の粗大粒子は5%以下であった。

【0031】（対照用離型剤分散液1の製造）上記離型剤分散液1の組成の液を95℃に加熱してゴーリンホモジナイザーで200×10<sup>5</sup> N/m<sup>2</sup>の吐出圧力で乳化した後、急冷し、離型剤分散液を得た。このサンプルを堀場製作所（株）製粒度測定装置LA-700で測定したところ体積平均粒径は398nmであり、また1.0μm以上の粗大粒子は19%であった。

【0032】（対照用離型剤分散液2の製造）上記離型剤分散液1の組成の液を95℃に加熱してゴーリンホモジナイザーで50×10<sup>5</sup> N/m<sup>2</sup>の吐出圧力で乳化した後、急冷し離型剤分散液を得た。このサンプルを堀場製作所（株）製粒度測定装置LA-700で測定したと

ころ体積平均粒径は150nmであり、また1μmの粗大粒子は観察されなかった。

【0027】

粒径は160nmであり、また0.8μm以上の粗大粒子は5%以下であった。

【0028】

体積平均粒径は162nmであり、また0.8μm以上の粗大粒子は5%以下であった。

【0029】

148nmであり、また0.8μm以上の粗大粒子は5%以下であった。

【0030】

ころ体積平均粒径は676nmであり、また1.0μm以上の粗大粒子は29%であった。

【0033】（対照用離型剤分散液3の製造）上記離型剤分散液1の組成の液を95℃に加熱した状態で、1KA製ウルトラタラックスT50にて10分間乳化した後急冷し、離型剤分散液を得た。このサンプルを堀場製作所（株）性粒度測定装置LA-700で測定したところ体積平均粒径は9μmと、1μm以下には分散できなかった。

【0034】実施例1（請求項1の例）

樹脂分散液1 180g

樹脂分散液2 80g

着色剤分散液 30g

離型剤分散液1 30g

サニゾールB50 1.5g

以上を丸型ステンレス製フラスコ中でウルトラタラックスT50で混合分散した後、加熱用オイルバスでフラスコを攪拌しながら50℃まで加熱した。50℃で1時間

保持した後、光学顕微鏡にて観察すると約 $5.9\mu\text{m}$ の凝集粒子が生成していることが確認された。その後、ここにネオゲンSC3gを追加した後、ステンレス製フラスコを密閉し、磁力シールを用いて攪拌を継続しながら $105^\circ\text{C}$ まで加熱し、3時間保持した。冷却後、ろ過し、イオン交換水で充分洗浄後、コールターカウンターで粒径を測定すると $6.0\mu\text{m}$ であった。体積粒度分布の指標である体積GSDは、1.21であった。透過型電子顕微鏡にてトナー断面を観察したところ離型剤の分散度は良好で構造的な偏りは観察されなかった。走査型電子顕微鏡にて表面状態を観察するとトナー表面への顔料およびワックス状物の露出は観察されたが、遊離しているものは見られなかった。富士ゼロックスV500改造機で堅牢性試験機でウエス摺擦により定着評価をおこなうと $130^\circ\text{C}$ のヒートロール温度で十分な定着性を示し、オフセットは $220^\circ\text{C}$ まで発生がみられなかった。富士ゼロックスAColor改造機でOHP上に定着し、HAZE値を測定したところ、13%と十分な透明性を示した。

#### 【0035】実施例2 (請求項2の例)

樹脂分散液1	120g
樹脂分散液2	80g
着色剤分散液	30g
離型剤分散液2	30g
サニゾールB50	1.5g

以上を丸型ステンレス製フラスコ中でウルトラタラックスT50で混合分散した後、加熱用オイルバスでフラスコを攪拌しながら $48^\circ\text{C}$ まで加熱した。 $48^\circ\text{C}$ で30分保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、約 $5\mu\text{m}$ の凝集粒子が生成していることが確認された。ここに樹脂分散液1を緩やかに60g追加し、さらに加熱用オイルバスの温度を上げて $50^\circ\text{C}$ で1時間保持した。光学顕微鏡にて観察すると約 $5.6\mu\text{m}$ の凝集粒子が生成していることが確認された。その後、ここにネオゲンSC3gを追加した後、ステンレス製フラスコを密閉し、磁力シールを用いて攪拌を継続しながら $105^\circ\text{C}$ まで加熱し、3時間保持した。冷却後、ろ過し、イオン交換水で充分洗浄後、コールターカウンターで粒径を測定すると $5.8\mu\text{m}$ であった。体積粒度分布の指標である体積GSDは、1.23であった。透過型電子顕微鏡にてトナー断面を観察したところ離型剤の分散度は良好であった。走査型電子顕微鏡にて表面状態を観察すると、トナー表面へのワックス状物の露出はわずかであり、遊離しているものは見られなかった。富士ゼロックスV500改造機で堅牢性試験機でウエス摺擦により定着評価を行うと $135^\circ\text{C}$ のヒートロール温度で十分な定着性を示し、オフセットは $210^\circ\text{C}$ まで発生がみられなかった。富士ゼロックスAColor改造機でOHP上に定着し、HAZE値を測定したところ、14%と十分な透明性を示した。

#### 【0036】実施例3

実施例2の離型剤分散液2を30gから200gへ増量し、サニゾール量を1.8g用い、同様の条件にてトナーを作成した。最終粒径は $6.5\mu\text{m}$ で、体積GSDは、1.28であった。透過型電子顕微鏡にてトナー断面を観察したところ離型剤が相当量内添されていることが観察された。走査型電子顕微鏡にて表面状態を観察するとトナー表面へのワックス状物の露出は見られたがわずかであった。富士ゼロックスV500改造機で堅牢性試験機でウエス摺擦により定着評価を行うと、 $130^\circ\text{C}$ のヒートロール温度で十分な定着性を示し、オフセットは $180^\circ\text{C}$ まで発生がみられなかった。富士ゼロックスAColor改造機でOHP上に定着し、HAZE値を測定したところ、16%と十分な透明性を示した。

#### 【0037】実施例4

実施例3の離型剤分散液2を離型剤分散液3に替えるほかは実施例3と同様に実験を行い、最終粒径が $6.3\mu\text{m}$ で体積GSDが1.27のトナー粒子を得た。透過型電子顕微鏡にてトナー断面を観察したところ離型剤が相当量内添されていることが観察された。走査型電子顕微鏡にて表面状態を観察するとトナー表面へのワックス状物の露出はみられなかった。富士ゼロックスV500改造機で堅牢性試験機でウエス摺擦により定着評価を行うと、 $130^\circ\text{C}$ のヒートロール温度で十分な定着性を示し、オフセットは $190^\circ\text{C}$ まで発生がみられなかった。富士ゼロックスAColor改造機でOHP上に定着し、HAZE値を測定したところ、12%と十分な透明性を示した。

#### 【0038】実施例5

実施例2の離型剤分散液2を離型剤分散液4に替えるほかは、実施例2と同様に実験を行い、最終粒径が $6.0\mu\text{m}$ で体積GSDが1.22のトナー粒子を得た。透過型電子顕微鏡にてトナー断面を観察したところ離型剤が相当量内添されていることが観察された。走査型電子顕微鏡にて表面状態を観察するとトナー表面へのワックス状物の露出はみられなかった。富士ゼロックスV500改造機で堅牢性試験機でウエス摺擦により定着評価をおこなうと $140^\circ\text{C}$ のヒートロール温度で十分な定着性を示し、オフセットは $210^\circ\text{C}$ まで発生がみられなかった。富士ゼロックスAColor改造機でOHP上に定着し、HAZE値を測定したところ、16%と十分な透明性を示した。

#### 【0039】比較例1

離型剤分散液として対照用離型剤分散液1を用いて実施例1と同様にトナーを作成した。最終粒径は $6.1\mu\text{m}$ で、体積GSDは1.25であったが、トナースラリーをろ過した後のろ液はやや白濁しており離型剤が遊離していた。透過型電子顕微鏡にてトナー断面を観察したところ離型剤は内添されていることが観察されたが、走査型電子顕微鏡にて表面状態を観察するとトナー表面への

ワックス状物の露出が観察された。富士ゼロックスV500改造機で堅牢性試験機でウエス摺擦により定着評価をおこなうと130℃のヒートロール温度で十分な定着性を示したが、オフセットは165℃で発生した。富士ゼロックスAColor改造機でOHP上に定着し、HAZE値を測定したところ、21%と透明性は不足していた。

【0040】比較例2

離型剤分散液として対照用離型剤分散液2を用いて実施例1と同様にトナーを作成した。最終粒径は6.0μmで、体積GSDは1.30であり、トナースラリーをろ

過した後のろ液は白濁しており離型剤が遊離していた。透過型電子顕微鏡にてトナー断面を観察したところ離型剤が一部表面に露出していた。走査型電子顕微鏡にて表面状態を観察するとトナー表面へのワックス状物の露出が観察され、遊離しているものがみられた。富士ゼロックスV500改造機で堅牢性試験機でウエス摺擦により定着評価を行うと、130℃のヒートロール温度で十分な定着性を示したが、オフセットは155℃で発生した。富士ゼロックスAColor改造機でOHP上に定着し、HAZE値を測定したところ、23%と透明性は不足していた。

---

フロントページの続き

- (72)発明者 佐藤 修二  
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 角倉 康夫  
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 森尻 久雄  
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

- (72)発明者 庄子 毅  
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 水口 卓裕  
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 朝長 淳一  
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 杉山 航一  
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内